

**Air dan air limbah – Bagian 53: Cara uji krom  
heksavalen (Cr-VI) dalam contoh uji air dan air  
limbah dengan Spektrofotometri Serapan  
Atom (SSA) – ekstraksi**





© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



Daftar isi

Daftar isi ..... i

Prakata ..... ii

1 Ruang lingkup ..... 1

2 Istilah dan definisi ..... 1

3 Cara uji ..... 2

4 Pengendalian mutu ..... 4

5 Rekomendasi ..... 4

Lampiran A (normatif) Pelaporan ..... 5

Bibliografi ..... 6





## Prakata

SNI ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-6989.53-2005, *Air dan air limbah - Bagian 53: Cara uji kadar krom (Cr) heksavalen dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) secara ekstraksi*. SNI ini menggunakan referensi dan merupakan adopsi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21<sup>st</sup> Edition*, editor L.S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005. SNI ini dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, Kualitas Air dari Panitia Teknis 13-03, Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 9 Juli 2009 di Jakarta. SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 16 November 2009 sampai dengan 16 Januari 2010, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.53:2010 ini, maka penerapan SNI 06-6989.53-2005, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.





## Air dan air limbah – Bagian 53: Cara uji krom heksavalen (Cr-VI) dalam contoh uji air dan air limbah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – ekstraksi

### 1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam krom heksavalen (Cr-VI) terlarut dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom dengan kisaran 20 µg (Cr-VI)/L sampai 1000 µg (Cr-VI)/L pada panjang gelombang 357,9 nm.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### **air bebas mineral**

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktivitas lebih kecil dari 2 µS/cm

#### 2.2

##### **blind sample**

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

#### 2.3

##### **krom (Cr-VI) terlarut**

unsur krom dalam air yang lolos melalui saringan membran berpori 0,45 µm

#### 2.4

##### **kurva kalibrasi**

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

#### 2.5

##### **larutan blanko**

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

#### 2.6

##### **larutan induk logam krom (Cr-VI)**

larutan logam krom heksavalen yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

#### 2.7

##### **larutan baku logam krom (Cr-VI)**

larutan induk logam krom heksavalen yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

#### 2.8

##### **larutan kerja logam krom (Cr-VI)**

larutan baku logam krom heksavalen yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

#### 2.9

##### **spike matrix**

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu



### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Ion krom heksavalen bereaksi dengan Ammonium Pirolidin Ditiokarbamat (APDC) membentuk senyawa kompleks pada pH 2 sampai dengan 4. Senyawa yang terbentuk diekstraksi dengan Metil Iso Butil Keton (MIBK). Serapan senyawa kompleks tersebut diukur pada panjang gelombang 357,9 nm dengan SSA nyala menggunakan udara-asetilen. Serapan yang dihasilkan akan sebanding dengan kadar ion krom heksavalen.

#### 3.2 Bahan

- air bebas mineral;
- larutan induk krom heksavalen 1000 mg/L;
- larutan asam nitrat  $\text{HNO}_3$  1 N;  
Encerkan 7 mL  $\text{HNO}_3$  pekat, ke dalam 100 mL air bebas mineral.
- larutan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) (1+1);
- larutan Amonium Pirolidin Ditiokarbamat (APDC) 4 %;  
Larutkan 4 g APDC dalam 100 mL air bebas mineral. Larutan ini diekstraksi dengan MIBK dengan volume yang sama selama 30 detik dan diambil fasa air (lapisan bawah).
- larutan natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) 1 N;  
Larutkan 40 g  $\text{NaOH}$  ke dalam 1 L air bebas mineral dalam gelas piala. Simpan dalam botol plastik.
- larutan asam klorida ( $\text{HCl}$ ) 1 N;  
Encerkan 8,3 mL  $\text{HCl}$  pekat, ke dalam 100 mL air bebas mineral.
- Metil Iso Butil Keton (MIBK);
- serbuk natrium sulfat anhidrat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ );
- gas asetilena, sesuai dengan standar untuk alat SSA; dan
- udara tekan.

#### 3.3 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala dilengkapi dengan lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) untuk unsur krom;
- pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; dan 10,0 mL;
- pipet ukur 10 mL;
- labu ukur 100,0 mL; 200,0 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL;
- gelas piala 100 mL dan 250 mL;
- gelas ukur 100 mL;
- kertas saring dengan ukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- desikator; dan
- kompresor udara.

#### 3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji disaring dengan saringan membran berpori 0,45  $\mu\text{m}$  dan diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik ( <i>polyethylene</i> ) atau botol gelas
Pengawet	:	Setelah contoh air dan air limbah (contoh uji) dimasukkan ke dalam wadah, kemudian tambahkan larutan $\text{NaOH}$ 1 N sampai pH hingga lebih dari 9
Lama Penyimpanan	:	24 hari
Kondisi Penyimpanan	:	4 °C $\pm$ 2 °C



### 3.5 Persiapan pengujian

#### 3.5.1 Pembuatan larutan induk logam krom heksavalen 100 mg (Cr-VI)/L

- panaskan kristal  $K_2Cr_2O_7$  pada suhu  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam, dinginkan dalam desikator;
- larutkan 0,283 g  $K_2Cr_2O_7$  dalam labu ukur 1000,0 mL dengan air bebas mineral dan tepatkan hingga tanda tera;
- konsentrasi larutan ini adalah  $1\text{ mL} = 0,1\text{ mg Cr-VI}$  ( $\approx 100\text{ mg (Cr-VI)/L}$ ).

**CATATAN** Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg (Cr-VI)/L siap pakai.

#### 3.5.2 Pembuatan larutan baku logam krom heksavalen 10 mg (Cr-VI)/L

Larutkan 50 mL larutan induk krom heksavalen (100 mg (Cr-VI)/L) dalam labu ukur 500,0 mL, tambahkan 10 mL  $HNO_3$  (1+1), dan tepatkan sampai tanda tera dengan air bebas mineral.

#### 3.5.3 Pembuatan larutan kerja logam krom heksavalen (Cr-VI)

- buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukurannya;
- masukkan hasil pengerjaan ke dalam gelas piala 250 mL;
- atur pH larutan pada kisaran 2 sampai dengan 4 dengan menambahkan NaOH 1 N atau  $HNO_3$  1 N;
- pindahkan larutan deret standar ke dalam labu ukur 200,0 mL;
- tambahkan 1 mL larutan APDC 4 % kemudian homogenkan;
- tambahkan 10 mL MIBK kemudian kocok kuat selama 30 detik, dan biarkan larutan terpisah antara fase air dan organik;

**CATATAN** Rasio volume MIBK: contoh uji tidak lebih dari 1:40.

- tambahkan ke dalam hasil pengerjaan butir 3.5.3.f) dengan air bebas mineral sehingga lapisan organik naik ke leher labu;

### 3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

#### 3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat SSA-nyala untuk pelarut organik. Atur panjang gelombangnya pada 357,9 nm;
- ukur serapan masing-masing larutan kerja kemudian catat dan plotkan terhadap kadar logam krom heksavalen;
- buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.b) di atas, dan tentukan persamaan garis lurus;
- jika koefisien korelasi regresi linier ( $r$ ) lebih kecil dari 0,99, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 a) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien  $r \geq 0,995$ .

#### 3.6.2 Pengukuran contoh uji

- ambil 100 mL contoh uji;
- lakukan langkah 3.5.3.b) sampai g).

**CATATAN** Butir 3.5.3; 3.6.1 dan 3.6.2 harus dilakukan dengan memperhatikan keseragaman waktu untuk setiap tahap pengerjaan yang bertujuan untuk mencapai kestabilan pembacaan hasil.



#### 4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi regresi linier ( $r$ ) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % dari jumlah contoh uji atau 1 (satu) kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference/RPD*) lebih besar dari 20 % maka dilakukan pengukuran selanjutnya hingga diperoleh nilai RPD kurang dari atau sama dengan 20 %.

Persen RPD

$$\% \text{RPD} = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}) / 2} \right| \times 100 \% \quad (1)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* dan standar kerja adalah 75 % sampai dengan 125 %.

Persen temu balik (% *recovery*, % R)

$$\% R = \left( \frac{A - B}{C} \right) \times 100 \% \quad (2)$$

**Keterangan:**

- A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*), yang dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);  
 B adalah kadar contoh uji, yang dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);  
 C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*), yang dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L).

**CATATAN 1** Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5 % dari volume contoh uji.

**CATATAN 2** Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 sampai 5 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah di-*spike* berada pada kisaran rentang pengukuran.

#### 5 Rekomendasi

Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.



**Lampiran A**  
(normatif)  
**Pelaporan**

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Rekaman hasil perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 10) Kadar analit dalam contoh uji.





## Bibliografi

*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21<sup>st</sup> Edition, 3111C, editor L.S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005*











**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)